

DIALOG(R)File 352:Derwent WPI  
(c) 2001 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.  
009506532

WPI Acc No: 1993-200068/199325

XRAM Acc No: C93-088701

XRPX Acc No: N93-153710

Cutting tool coated with thin film of diamond - obtd. by vapour phase synthesis, having specific RAMAN spectra and adhered tightly to tool base etc.

Patent Assignee: KOBE STEEL LTD (KOBM )

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
<b>JP 5123908</b>	A	19930521	JP 91318353	A	19911105	199325 B

Priority Applications (No Type Date): JP 91318353 A 19911105

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 5123908	A		5 B23B-027/14	

Abstract (Basic): JP 5123908 A

Tool comprises a base material having a thin film contg. diamond provided on the surface by vapour phase synthesis. When the Raman spectra of the front tip of the diamond coated blade is measured, a peak intensity ratio ( $I_1/I_2$ ) of 0.5-3 is observed, where  $I_1$  represents the peak intensity of a Raman absorption found in the wavelength region of 1320-1350  $\text{cm}^{-2}$  and  $I_2$  is the same assigned to a non-diamond substance which is found in the region of 1500-1600  $\text{cm}^{-2}$ .

The intensity ratio ( $I_1/I_2$ ) is more pref. 1-2. The Raman intensity ratio is obtd. by scanning an Ar laser or a Kr laser.

USE/ADVANTAGE - The diamond coating adheres tightly to the tool base made of cemented carbide, ceramic, high speed steel, etc.. The tool has a long life and the coating is free from stripping, peeling, breakage and crack formation

Dwg.0/2

Title Terms: CUT; TOOL; COATING; THIN; FILM; DIAMOND; OBTAIN; VAPOUR; PHASE ; SYNTHESIS; SPECIFIC; RAMAN; SPECTRUM; ADHERE; TIGHT; TOOL; BASE  
Derwent Class: L02; M23; P54; P56

International Patent Class (Main): B23B-027/14

International Patent Class (Additional): B23P-015/28; C23C-016/26;  
C30B-029/04

File Segment: CPI; EngPI

DIALOG(R)File 347:JAPIO

(c) 2001 JPO & JAPIO. All rts. reserv.

04132208      \*\*Image available\*\*

DIAMOND THIN FILM COAT CUTTING TOOL

PUB. NO.:      **05-123908** [JP 5123908 A]

PUBLISHED:      May 21, 1993 (19930521)

INVENTOR(s): KAMEOKA SEIJI

IKEDA TSUTOMU

APPLICANT(s): KOBE STEEL LTD [000119] (A Japanese Company or Corporation),  
JP (Japan)

APPL. NO.:      03-318353 [JP 91318353]

FILED:          November 05, 1991 (19911105)

INTL CLASS:      [5] B23B-027/14; B23P-015/28; C23C-016/26; C30B-029/04

JAPIO CLASS:    25.2 (MACHINE TOOLS -- Cutting & Grinding); 12.6 (METALS --  
Surface Treatment); 13.1 (INORGANIC CHEMISTRY -- Processing  
Operations)

JAPIO KEYWORD: R002 (LASERS); R004 (PLASMA)

JOURNAL:          Section: M, Section No. 1475, Vol. 17, No. 493, Pg. 51,  
September 07, 1993 (19930907)

#### ABSTRACT

PURPOSE: To provide a diamond thin film coat cutting tool of long life by coating the base material of cutting tool with a diamond thin film excellent in peeling resistance.

CONSTITUTION: In a diamond thin film coat cutting tool, the surface of the base material of which is coated with a diamond based hard thin film in a vapor phase composite method, when the Raman spectrum of the tip of the cutting edge of the hard film coat cutting tool is measured, the ratio ( $I_{(sub\ 1)}/I_{(sub\ 2)}$ ) of the intensity  $I_{(sub\ 1)}$  of the peak appearing in the range of from 1320 to 1350cm(sup -1) to the intensity  $I_{(sub\ 2)}$  of the peak appearing in the range of from 155 to 1600cm(sup -1) is 0.5 to 3.

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-123908

(43)公開日 平成 5 年(1993) 5 月21日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 2 3 B 27/14	A	8612-3C		
B 2 3 P 15/28	A	7041-3C		
C 2 3 C 16/26		7325-4K		
C 3 0 B 29/04		7821-4G		

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平3-318353

(22)出願日 平成 3 年(1991)11月 5 日

(71)出願人 000001199

株式会社神戸製鋼所

兵庫県神戸市中央区脇浜町 1 丁目 3 番18号

(72)発明者 亀岡 誠司

神戸市灘区城南通 1 - 4 - 12-301

(72)発明者 池田 孜

神戸市須磨区東白川台 3 - 8 - 6

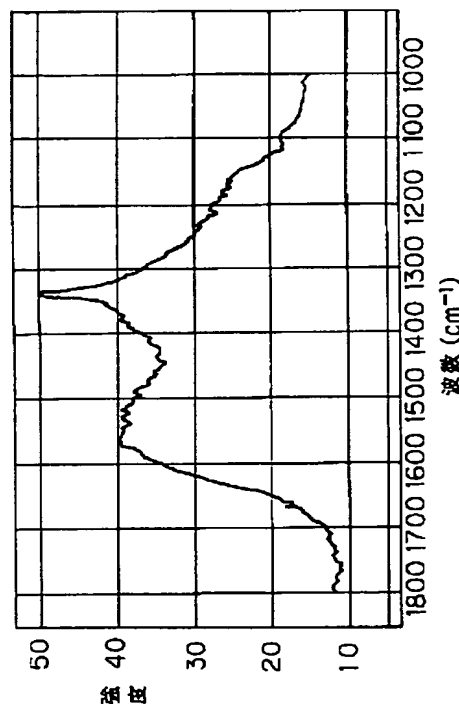
(74)代理人 弁理士 植木 久一

(54)【発明の名称】 ダイヤモンド薄膜切削工具

(57)【要約】

【目的】 耐剥離性に優れたダイヤモンド薄膜を切削工具母材に被覆することによって、長寿命のダイヤモンド薄膜工具を提供することにある。

【構成】 工具母材表面上に気相合成法によってダイヤモンドを主体とする硬質薄膜を被覆したダイヤモンド薄膜工具において、該硬質被膜の工具刃先端部のラマンスペクトルを測定したときに、1320~1350cm<sup>-1</sup>に出現するピークの強度I<sub>1</sub>と1500~1600cm<sup>-1</sup>に出現するピークの強度I<sub>2</sub>との比 (I<sub>1</sub>/I<sub>2</sub>) が0.5 ~ 3 である。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 切削工具母材表面に気相合成法によってダイヤモンドを主体とする硬質薄膜を被覆したダイヤモンド薄膜切削工具において、該硬質被膜の工具刃先部のラマンスペクトルを測定したときに、 $1320\sim 1350\text{cm}^{-1}$ に出現するダイヤモンドのピークの強度 $I_1$ と、 $1500\sim 1600\text{cm}^{-1}$ に出現する非ダイヤモンド成分のピークの強度 $I_2$ との比 ( $I_1/I_2$ ) が $0.5\sim 3$ であることを特徴とするダイヤモンド薄膜工具。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、超硬合金、セラミックス或はハイス鋼等を切削工具母材とし、該母材表面に気相合成法によってダイヤモンドを主体とする硬質薄膜を被覆したダイヤモンド薄膜工具に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 ダイヤモンドは、従来硬質材料として汎用されてきたアルミナ、窒化珪素、超硬合金等に比べても極めて高い硬度を有し、また熱伝導率も高いことから、切削工具や耐摩耗性工具等の素材としての応用開発が盛んに進められている。

【0003】 ダイヤモンドを切削工具の素材として応用する技術の一例としては、超高圧・高温下で焼結して合成されたダイヤモンド焼結体を用いたダイヤモンド焼結体工具も知られているが、高価であり、またダイヤモンドよりも高硬度のものが無いという理由から、焼結後複雑形状へ加工することが困難であり、形状的にも制約を受けている。

【0004】 最近では、マイクロ波や熱フィラメント等で励起状態にした炭素含有ガスを原料ガスとして用いた化学的気相合成法によって、ダイヤモンドを主体とした硬質薄膜（以下単にダイヤモンド薄膜と呼ぶことがある）を母材上に形成することが可能になっており、この技術では複雑形状の工具に対しても容易且つ安価にダイヤモンド薄膜を形成できるので、この技術を応用してダイヤモンド薄膜工具の研究開発が活発に進められている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら気相合成したダイヤモンド薄膜は、高硬度、高熱伝導率という工具部材としての優れた特性を持っている反面、薄膜の内部応力が大きく、しかも母材との密着強度が弱いことに加え、靱性が低い為に切削等の作業中に一瞬にして膜が剥離若しくは破壊されることがあるという欠点があった。

【0006】 現在、長寿命のダイヤモンド薄膜切削工具を得る為に、種々の技術が提案されている。例えばダイヤモンド薄膜の密着性を向上させる為に、基板とダイヤモンド薄膜との間に中間層を形成する方法（例えば特開平2-217472号、特開昭58-126972号等）、予め母材を処

理しておく方法（特公昭63-20911号等）等の技術が開示されている。

【0007】 しかしながらこれらの技術においても、工具性能として十分なものとは言えず、また製造工程が煩雑になる場合もあり、実用的な観点からも解決策が望まれていた。

【0008】 本発明はこうした技術的課題を解決する為になされたものであって、その目的は、耐剥離性に優れたダイヤモンド薄膜を切削工具母材に被覆することによって、長寿命のダイヤモンド薄膜切削工具を提供することにある。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】 上記目的を達成し得た本発明とは、切削工具母材表面に気相合成法によってダイヤモンドを主体とする硬質薄膜を被覆したダイヤモンド薄膜切削工具において、該硬質被膜の工具刃先部のラマンスペクトルを測定したときに、 $1320\sim 1350\text{cm}^{-1}$ に出現するダイヤモンドのピークの強度 $I_1$ と $1500\sim 1600\text{cm}^{-1}$ に出現する非ダイヤモンド成分のピークの強度 $I_2$ との比 ( $I_1/I_2$ ) が $0.5\sim 3$ である点に要旨を有するダイヤモンド薄膜工具である。

## 【0010】

【作用】 前述の如く、ダイヤモンド薄膜切削工具における最大の問題点は、切削等の作業中の薄膜の剥離である。この剥離原因については、一般に、ダイヤモンド薄膜と母材の熱膨張率に基づく膜応力、特にダイヤモンド薄膜内の圧縮応力が大きいためであると考えられている。

【0011】 そこで、本発明者らは、膜内部応力を緩和するという観点から種々検討した。その結果、ダイヤモンド薄膜中に所定量の非ダイヤモンド成分を含有させれば、ダイヤモンドの高硬度（耐摩耗性）を損なうことなく、膜応力が緩和されたダイヤモンド薄膜が得られることが分かった。そしてこのような膜をコーティングしたダイヤモンド薄膜切削工具は、従来のような実質上ダイヤモンドだけからなるダイヤモンド薄膜切削工具と比較して、極めて長寿命となることを見いだした。

【0012】 本発明者らは、非ダイヤモンド成分を含有させる為の具体的な指標について、鋭意研究を重ねた。その結果薄膜のラマン分析による特定波長に出現するピークの強度で非ダイヤモンド成分の含有量を見積もり、工具刃先部で測定したラマンスペクトルにおいて非ダイヤモンド成分のピーク強度 $I_2$ に対するダイヤモンドのピーク強度 $I_1$ の比 ( $I_1/I_2$ ) が $0.5\sim 3$ となるように膜をコーティングすることによって、耐剥離性が最大となることを突き止めた。これは、工具の刃先部（チップにおけるコーナ部、ドリル等における鋭利な先端部）には、工具の中心部或は平坦部に比べて成膜中にプラズマが集中し易く、その結果としてダイヤモンドの形成量が促進されることを見出したことによるもので、工具の刃先

部の硬質膜中のダイヤモンド含有量を特定の範囲に制御することが重要であるとの結論に達した。即ち工具母材の中心部から刃先部に向かってラマンピーク強度比 ( $I_1/I_2$ ) が徐々に大きくなる現象を突きとめたことによる。なお本発明の効果は、耐剥離性の他に耐摩耗性を有効に発揮するには、ラマンピーク比  $I_1/I_2$  は 1~2 が特に好ましい。

【0013】本発明に係るダイヤモンド薄膜切削工具において、工具母材の材質や工具種類等は特に限定するものでなく、工具母材としては例えば超硬合金、セラミックス、ハイス鋼等が挙げられ、一方切削工具種類としては、チップ、エンドミル、ミニチュアドリル等に適用でき、上記構成を採用することによって従来の切削工具に比べて工具性能を著しく向上させることができる。

【0014】尚ダイヤモンド薄膜の形成方法についても特に限定するものではない。ダイヤモンド合成法としては、熱フィラメント法、マイクロ波プラズマCVD法、高周波プラズマCVD、イオンビーム法等の公知のCVD、PVD法が適用できる。また合成に用いる原料ガスとしては、メタン、エタン等炭化水素系ガスの他、メタノール、エタノール等のアルコール系ガス、或は一酸化炭素等の酸化炭素系ガスを用いることも可能であるが、一般的には、炭素を必須元素として含有したガスを水素で希釈した混合ガスが用いられる。

【0015】ラマンスペクトルにおけるダイヤモンドと非ダイヤモンド成分の強度比は、次のようにして見積ることができる。即ち、ラマンシフトが  $1000\text{cm}^{-1}$  から  $1800\text{cm}^{-1}$  までのスペクトルからバックグラウンドを差引き、ダイヤモンドのピークに相当する  $1320\text{cm}^{-1}$  から  $1350\text{cm}^{-1}$  に出現するピークの強度 ( $I_1$ ) と、非ダイヤモンド成分に相当する  $1500\text{cm}^{-1}$  から  $1600\text{cm}^{-1}$  に出現するピークの強度 ( $I_2$ ) から両者の比 ( $I_1/I_2$ ) を求める。この場合、発振源としてレーザーは、Arレーザー（発振線  $4579\text{\AA}$ ,  $4727\text{\AA}$ ,  $4880\text{\AA}$ ,  $5017\text{\AA}$  等）、Krレーザー（発振線  $4762\text{\AA}$ ,  $5208\text{\AA}$ ,  $5682\text{\AA}$ ,  $6765\text{\AA}$  等）等が望ましい。

【0016】以下本発明を実施例によって更に詳細に説明するが、下記実施例は本発明を限定する性質のものではなく、前・後記の趣旨に徴して設計変更することはいずれも本発明の技術的範囲に含まれるものである。例えば下記実施例におけるラマンスペクトルは、レーザー発振源としてArレーザー（発振線  $4880\text{\AA}$ , 波数  $20492.4\text{cm}^{-1}$ ）を用い、ラマンシフトが  $1000\text{cm}^{-1}$  から  $1800\text{cm}^{-1}$  までスキャンスピードを  $2\text{cm}^{-1}/\text{sec}$  で測定して得たものであるが、これに限定されるものではない。

【0017】

【実施例】

実施例 1

窒化珪素 ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) を母材とする切削チップを用い、マイクロ波プラズマCVD装置を用いて励起したメタン-水素混合ガスを母材表面に接触させてダイヤモンドを主

体とする硬質薄膜をコーティングした。このときの条件は、 $\text{CH}_4$  濃度 2.5 %、混合ガス圧力:  $40\text{torr}$ 、混合ガス流量:  $400\text{SCCM}$ 、母材温度:  $750^\circ\text{C}$ 、マイクロ波出力:  $2.45\text{GHz}$ 、反応時間: 20 時間である。尚試作サンプルの総数は 30 個とした。処理後の母材表面および断面を分析した結果、母材歯先の先端部分にはダイヤモンドを主体とする膜厚約  $10\mu\text{m}$  の薄膜が形成されていることが分かった。また前記母材表面の刃先部先端のラマンスペクトルを上記の方法によって調べたところ、図 1 に示すスペクトルが得られた。

【0018】図 1 から明らかな様に最大ピークは  $1333\text{cm}^{-1}$  に出現し、このピークはダイヤモンドのラマンシフトと考えられた。また  $1500\text{cm}^{-1}$  から  $1600\text{cm}^{-1}$  にも比較的ブロードなピークが得られ、これは無定型炭素やグラファイトを主体とする非ダイヤモンド成分によるラマンシフトと考えられた。このときスペクトルのバックグラウンドを差し引いた後の前者（ダイヤモンド）と後者（非ダイヤモンド成分）の強度比 ( $I_1/I_2$ ) は、1.32 であった。これらのチップを本発明例 1 とし、切削試験を行った。このときの切削条件は、被削材として  $\text{Al-20\%Si}$  を用い、切削速度、切込み量および送り量はそれぞれ  $400\text{m}/\text{min}$ ,  $0.75\text{mm}$ ,  $0.5\text{mm}/\text{rev}$  とした。尚 1 チップ当り 2 コーナーを切削試験に付した。

【0019】また比較として、前記コーティング処理を施していない他は同様の材質からなるセラミックチップ（比較例 1）についても同一個数、同一試験を行った。

【0020】30 分間切削した結果、コーティング処理を施していないチップでは、約 8 % 刃先が欠損し、工具寿命に達していたのに対し、本発明例 1 では、試験総数 0 コーナー中、コーティング膜が剥離したのは 2 コーナー（約 2 %）のみであった。

【0021】実施例 2

実施例 1 と同様の方法で、窒化珪素 ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) を母材とする切削チップにダイヤモンド薄膜をコーティングした。このときの条件は、 $\text{CH}_4$  濃度: 1.0 %、混合ガス圧力:  $40\text{torr}$ 、混合ガス流量:  $400\text{SCCM}$ 、母材温度:  $800^\circ\text{C}$ 、マイクロ波出力:  $2.45\text{GHz}$ 、反応時間: 20 時間である。尚試作サンプルの総数は、実施例 1 と同じ 30 個とした。コーティング後の母材表面および断面を分析した結果、母材刃先の先端部分にはダイヤモンドを主体とする膜厚約  $10\mu\text{m}$  の薄膜が形成されていた。また前記母材表面の刃先先端部分のラマンスペクトルを調べたところ、図 2 に示すスペクトルが得られた。

【0022】図 2 から明らかな様に、最大ピークはダイヤモンドに帰属される  $1333\text{cm}^{-1}$  に出現し、非ダイヤモンド成分に帰属される  $1500\text{cm}^{-1}$  から  $1600\text{cm}^{-1}$  の比較的ブロードなピークも認められた。スペクトルのバックグラウンドを差し引いた後のダイヤモンドと非ダイヤモンド成分の強度比 ( $I_1/I_2$ ) は、実施例 1 の場合に比べて大きく、3.4 であった。これらのチップを比較例 2 とし、こ

これらのチップと前記発明例1のチップを用い、切削試験を行った。切削条件は、被削材としてAl-16 %Siを用い、切削速度、切込み量および送り量はそれぞれ600m/min, 1.0mm, 0.5mm/revとした。60分間切削した後のコーティング膜の剥離状況を調べた結果、発明例1では、約3%のコーナーが剥離していただけであったのに対し、比較例2では、約47%のコーナーの膜が剥離しており、発明例1は極めて耐剥離性に優れていることが分かった。

#### 【0023】実施例3

実施例1と同様の方法で、窒化珪素( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )を母材とする切削チップにダイヤモンド薄膜をコーティングした。このときの条件は、 $\text{CH}_4$ 濃度:6.0%、混合ガス圧力:40torr、混合ガス流量:400SCCM、母材温度:750℃、マイクロ波出力:2.45GHzおよび反応時間20時間である。尚試作サンプルの総数は、実施例1とおなじ30個とした。コーティング後の母材表面および断面を分析した結果、母材刃先の先端部分にはダイヤモンドを主体とする膜厚約10 $\mu\text{m}$ の薄膜が形成されていた。また前記母材表面のラマンスペクトルを調べたところ、バックグラウンドを差し引いた後のダイヤモンドと非ダイヤモンド成分の強度比( $I_1/I_2$ )は、0.44であった。これらのチップを比較例とし、これらのチップと前記発明例1のチップを用い、切削試験を行った。切削条件は、実施例2と同様とした。60分間切削した後のコーティング膜の摩耗状況を調べた結果、発明例1では、平均摩耗巾が0.03mmに対し、比較例3では0.89mmであった。

#### 【0024】実施例4

超硬合金製切削チップに、マイクロ波プラズマCVD装置を用いて励起したメタン-水素混合ガスと接触させ、そのラマンスペクトルにおける強度比( $I_1/I_2$ ダイヤモンド/非ダイヤモンド)が8.3、1.8、1.3および0.4であるダイヤモンドを主体とする薄膜の工具母材へのコーティングを行った。コーティング膜厚はそれぞれ20 $\mu\text{m}$ とした。それぞれ比較例4、本発明例2、3および比

較例5とし、これらの切削チップを用いて切削試験を行った。切削条件は被削材としてAl-12 %Siを用い、切削速度、切込み量および送り量はそれぞれ600m/min, 0.5mm, 0.5mm/revとした。尚試験したコーナー数はそれぞれ20コーナーである。20分切削した後の膜の剥離状況、摩耗状況を調べた結果、膜の剥離はそれぞれ7%、21%、19%、41%であり、摩耗幅はそれぞれ0.09mm、0.12mm、0.15mm、0.57mmであった。本発明例2または3では、耐剥離性、耐摩耗性ともに優れており、優れた工具性能を示していた。

#### 【0025】実施例5

実施例4において切削チップの代わりに超硬製のミニチュアダリル( $\phi D=1\text{mm}$ )を用い膜厚を4 $\mu\text{m}$ とした他は同様のコーティング工具を作製した。

【0026】これらを比較例6、本発明例4、5及び比較例7とする。

【0027】次に、これらのミニチュアダリルを用いてプリント基盤の穴開け試験を行った。試験条件は、ドリルの回転数を5000rpmとし、非試験材はガラスエポキシ基盤とした。その結果、穴あけ寿命はそれぞれ約900穴、約100000穴、約80000穴、約10000穴であり、さらに、本発明例4及び5では穴あけ試験後もエポキシミスの発生が極めて抑制されていた。

#### 【0028】

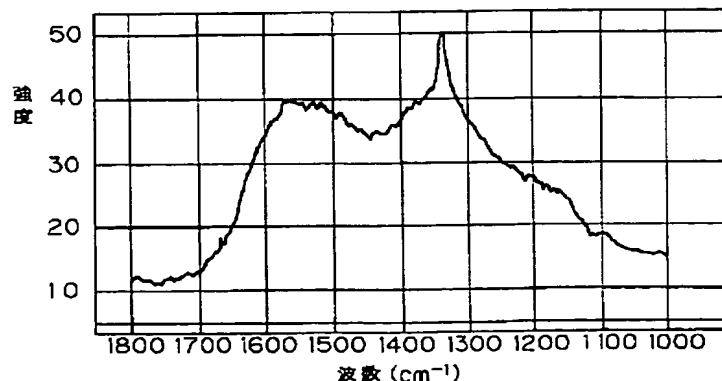
【発明の効果】以上述べた如く本発明によれば、耐剥離性に優れたダイヤモンドを主体とする硬質薄膜をコーティングすることにより、長寿命のダイヤモンドコーティング切削工具実現できたものであり、その工業的価値は極めて大きい。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明例におけるコーティング薄膜のラマンスペクトルを示すグラフである。

【図2】比較例2におけるコーティング薄膜のラマンスペクトルを示すグラフである。

【図1】



【図2】

